

Uji toksisitas limbah dari logam yang dapat terlindi

Daftar isi

	Halaman
1. Ruang lingkup	1 dari 7
2. Acuan	1 dari 7
3. Prinsip	1 dari 7
4. Pengambilan dan preparasi contoh	2 dari 7
5. Cara uji	2 dari 7
5.1 Peralatan	2 dari 7
5.2 Pereaksi	2 dari 7
5.3 Prosedur	3 dari 7
a. Evaluasi pendahuluan	3 dari 7
b. Penentuan larutan pengekstraksi.....	5 dari 7
c. Ekstraksi limbah	5 dari 7
d. Penentuan kadar logam	6 dari 7
5.4 Penghitungan	6 dari 7
5.5 Pelaporan	6 dari 7
Lampiran	7 dari 7

Latar belakang

Pada umumnya dalam pengolahan bijih, limbah padat yang dihasilkan akan mempunyai jumlah yang sangat besar dan mengandung logam-logam seperti : Fe, Pb, Cr, Ni, dan sebagainya sesuai dengan jenis bijihnya. Disamping itu, pemakaian bahan kimia yang beracun dan berbahaya seperti air raksa, sianida dan sebagainya dapat menghasilkan limbah yang beracun.

Oleh karena adanya angin, hujan, dan sebagainya, limbah tersebut dapat menyebar ke lingkungan sekitarnya dan menimbulkan pencemaran terhadap air, tanah, dan udara.

Prakiraan resiko terjadinya pencemaran terhadap lingkungan di sekitarnya dapat dilakukan melalui uji toksisitas limbah dari logam yang dapat terlindi.

Oleh karena itu, uji toksisitas limbah dari logam yang dapat terlindi terutama untuk mengidentifikasi dampak lingkungan akibat kegiatan pertambangan perlu distandarkan.

1. Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, prinsip, pengambilan dan preparasi contoh, peralatan, pereaksi, cara uji toksisitas limbah dari logam yang dapat terlindi, penghitungan, dan pelaporan.

2. Acuan

- a. ASTM, 1992, ASTM D 5233, *Single Batch Extraction Method for Waste*, Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02, Philadelphia: American Society for Testing and Material.
- b. ASTM, 1993, ASTM D 5369, *Extraction of Solid Waste Samples for Chemical Analysis Using Soxlet Extraction*, Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.03, Philadelphia: American Society for Testing and Material.
- c. EPA, 1992, EPA Method 1311, *Toxicity Characteristic Leaching Procedure*, SW 846, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods.

3. Prinsip

Contoh yang diteliti diekstraksi dengan larutan asetat melalui pengocokan dengan menggunakan alat agitasi pada putaran 30 ± 2 rpm selama 18 jam pada suhu kamar. Selanjutnya, filtrat yang didapat dipisahkan dengan padatan dan dianalisis kandungan logamnya dengan Spektrometer Serapan Atom (SSA).

Hasil analisis yang didapat dibandingkan terhadap kriteria toksisitas yang berlaku. Jika nilai konsentrasi logam-logam tersebut melebihi nilai batas toksisitas yang berlaku, contoh tersebut dikategorikan sebagai bahan beracun.

Pengambilan dan preparasi contoh dilakukan sesuai dengan prosedur yang berlaku yaitu SNI 13-3496-1994.

5. Cara uji

5.1 Peralatan

- a. Alat agitasi, dengan putaran 30 ± 2 rpm (lihat gambar 1).
- b. Botol ekstraksi 1 l.
- c. Alat penyaring vakum (untuk limbah dengan kadar padatan $< 10\%$) dan penyaring tekan (untuk limbah padat atau limbah dengan kadar padatan $\geq 10\%$).
- d. Saringan borosilikat dengan ukuran pori efektif $0,6 - 0,8 \mu\text{m}$.
- e. pH meter dengan ketelitian $\pm 0,05$
- f. Neraca teknis dengan ketelitian 2 desimal
- g. Gelas piala atau erlenmeyer 250 ml.
- h. Labu ukur 1000 ml
- i. Kaca arloji
- j. Pengaduk magnet

5.2 Pereaksi

- a. Asam asetat glasial (CH_3COOH) p.a.
- b. Larutan asam klorida, 1 N.
Encerkan 83,3 mL HCl p.a. dengan akuades menjadi 1000 ml.
- c. Larutan asam nitrat, 1 N.
Encerkan 64 mL HNO_3 p.a dengan akuades menjadi 1000 ml.
- d. Larutan natrium hidroksida, 1 N.
Timbang 40 g NaOH dalam gelas piala, rendam gelas piala bersama isinya dalam air dan tambahkan kurang lebih 200 ml akuades. Aduk sampai larut dan biarkan mendingin, kemudian tambahkan akuades sampai larutan menjadi 1000 ml.

Masukkan 5,7 ml CH_3COOH glasial ke dalam labu ukur (1000 ml) yang berisi 500 ml akuades. Tambahkan 64,3 ml NaOH (1 N) dan encerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan ini harus mempunyai pH $4,93 \pm 0,05$. Bila tidak sesuai dengan yang diharapkan, atur dengan penambahan CH_3COOH atau NaOH .

f. Larutan pengestrak 2 (LP-2)

Encerkan 5,7 ml CH_3COOH glasial dengan akuades menjadi 1000 ml dalam labu ukur. Larutan ini mempunyai pH $2,88 \pm 0,05$. Bila tidak sesuai dengan yang diharapkan, atur dengan penambahan CH_3COOH atau NaOH .

5.3 Prosedur

a. Evaluasi pendahuluan

Evaluasi pendahuluan ini meliputi :

1) Penentuan persen padatan

- a) Timbang saringan borosilikat (A g) dan botol penampung air saringan (B g).
- b) Pasang saringan borosilikat pada alat penyaring vakum (lengkap dengan botol penampungnya).
- c) Timbang sejumlah contoh limbah yang akan diteliti (W g, minimum 100 g) dan masukkan ke dalam saringan borosilikat
- d) Lakukan pemakuman setahap demi setahap atau penekanan perlahan-lahan sampai dengan 10 psi (sampai udara atau gas keluar dari saringan).

Jika hal ini tidak tercapai sampai tekanan 10 psi, dan jika pada interval 2 menit tidak ada lagi penambahan cairan yang keluar melalui saringan, naikan perlahan-lahan tekanan dengan inkrimen 10 psi sampai dengan 50 psi (maksimum). Jika persen padatan $< 0,5 \%$, lanjutkan pengerjaan langsung ke butir 5.3.4 penentuan kadar logam.

- e) Hentikan penyaringan bila semua cairan telah keluar.
- f) Timbang botol penampung dengan isinya (C g).
- g) Hitung persen padatan dari limbah dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ padatan} = \frac{W - (C - B)}{W} \times 100$$

- n) Lepaskan saringan borosilikat beserta isinya dari penyaring alat vakum.
- i) Keringkan pada suhu 100 ± 20 °C, kemudian dinginkan dan timbang. Ulangi pengerjaan ini sampai dua hasil penimbangan terakhir mempunyai nilai yang sama yakni $\pm 1\%$ (D g).
- j) Hitung persen padatan kering dari limbah dengan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ padatan kering} = \frac{D - A}{W} \times 100$$

Jika % padatan kering < 0,5 %, maka larutan dalam penampung dianggap sebagai larutan ekstraksi untuk uji toksisitas, sehingga pengerjaan langsung dilanjutkan ke butir d penentuan kadar logam.

Jika % padatan kering $\geq 0,5$ %, ulangi pengerjaan penentuan persen padatan ini dengan contoh baru dan jumlah yang optimum (dihitung dari % padatan kering).

2) Penentuan ukuran butir limbah

Amati ukuran butir fraksi padat yang dihasilkan pada butir g atau butir j atau limbah padat yang diteliti melalui penyaringan dengan saringan 9,5 mm. Jika terdapat bagian yang tidak lolos saring 9.5 mm, lakukan penggerusan dan penyaringan kembali, sampai semua bagian lolos saringan 9,5 mm.

- 1) Lakukan penggerusan (bila diperlukan) pada sebagian kecil dari padatan limbah sampai lolos saringan 0,95 mm.
- 2) Timbang 5 g fraksi padatan limbah (lolos saringan 0,95 mm), masukkan ke dalam gelas piala atau erlenmeyer 250 ml.
- 3) Tambahkan 96,5 ml akuades, tutup dan aduk dengan pengaduk magnet selama 5 menit.
- 4) Tentukan pH -nya.

Bila $\text{pH} < 5,0$ gunakan larutan pengestrak 1 (LP-1)

Bila $\text{pH} \geq 5,0$, tambahkan 3,5 ml HCl 1 N, aduk, tutup dengan kaca arloji dan panaskan pada suhu 50°C selama 10 menit. Biarkan larutan dingin dan tentukan pH nya. Bila $\text{pH} < 5,0$ gunakan larutan pengestrak 1 (LP-1) dan bila $\text{pH} \geq 5,0$ gunakan larutan pengestrak 2 (LP-2).

c. Ekstraksi limbah

Berat larutan pengestraksi yang digunakan ditentukan dengan rumus sebagai berikut.

$$1) \quad \text{Berat larutan pengestraksi} = \frac{20 \times \% \text{ padatan} \times \text{padatan tersaring}}{100}$$

Keterangan :

% padatan adalah hasil penghitungan pada butir 5.3.a.1).g)

Padatan tersaring adalah sebesar $W - (C - B)$ g.

- 2) Masukkan fraksi padat lolos saringan 9,5 mm dan larutan pengestraksi ke dalam botol ekstraksi (1l), tutup botol ekstraksi kuat-kuat (gunakan *teflon tape* untuk memperkuat).
- 3) Taruh dalam alat agitasi dan putar selama 18 jam dengan kecepatan 30 ± 2 rpm pada suhu kamar.
- 4) Setelah 18 jam, pisahkan fasa padat dan filtrat hasil ekstraksi dengan saringan borosilikat.
- 5) Tentukan dan catat pH larutan.

- 1) Ukur volume larutan ekstraksi atau air saringan (dalam botol penampung butir 5.3.a.1).f) dan asamkan larutan dengan HNO_3 sampai $\text{pH} < 2$.
- 2) Tentukan kadar logam dari larutan ekstraksi atau air saringan dalam botol penampung butir 5.3.a.1).f) dengan SSA (SNI nomor R SNI PU-17 – 2000, SPU 8 –1997, dan SPU 09 – 1993) .

5.4 Penghitungan

$$M = \frac{V_1 \times C_1 + V_2 \times C_2}{V_1 + V_2}$$

Keterangan :

M adalah konsentrasi logam (mg/l).

V1 adalah volume larutan yang tertampung pada waktu penyaringan (ml).

C1 adalah konsentrasi logam dalam air saringan (mg/l).

V2 adalah volume larutan ekstraksi (ml).

C2 adalah konsentrasi logam dalam larutan ekstraksi (mg/l).

Catatan : Untuk limbah yang mengandung padatan $< 0,5 \%$, konsentrasi logam-logam dalam larutan yang tersaring dianggap sama dengan konsentrasi logam yang dapat terlindi dari limbah

5.5 Pelaporan

Pelaporan harus meliputi:

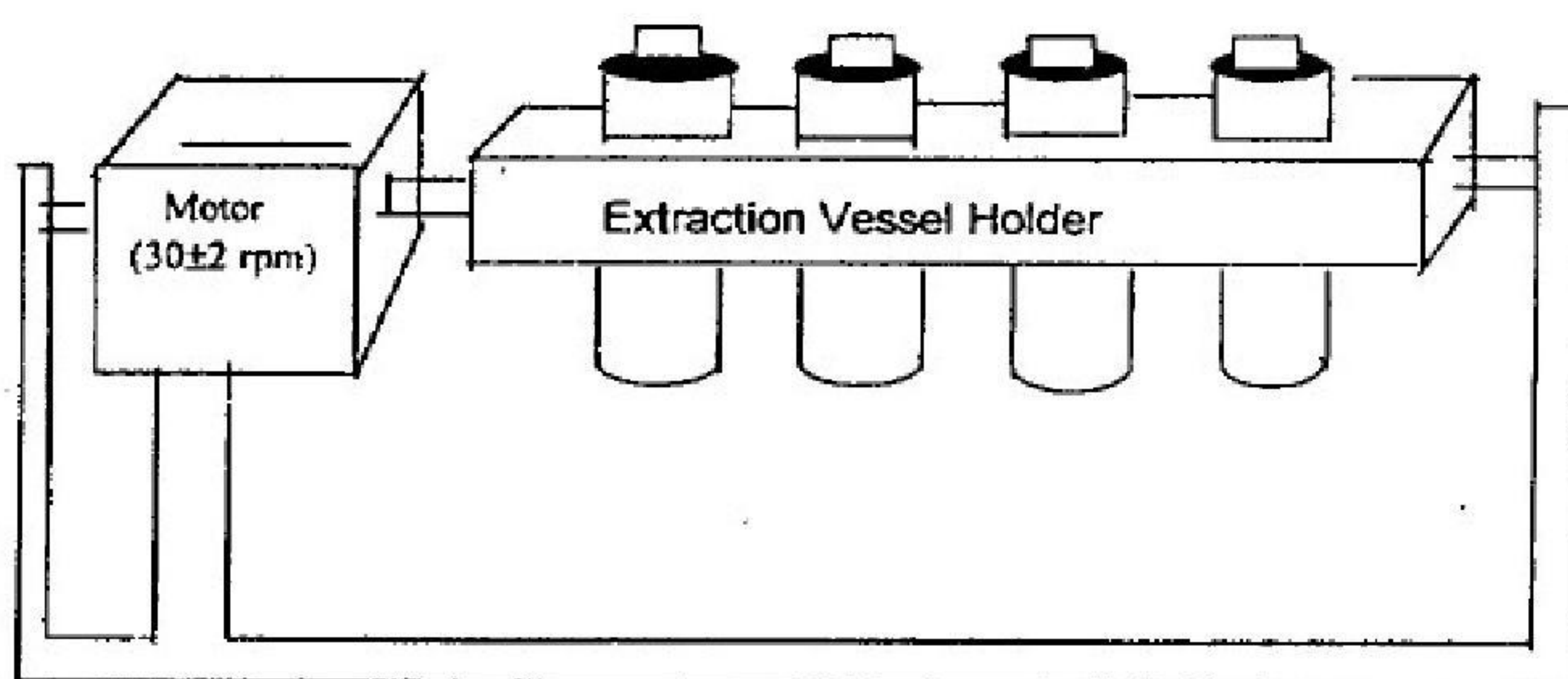
- a. jenis contoh,
- b. asal contoh,
- c. pengirim contoh,
- d. tanggal penerimaan,
- e. tanggal selesai,
- f. nama teknisi, dan

dianalisis, beracun atau tidak berdasarkan kriteria toksisitas yang berlaku (Lampiran adalah contoh kriteria toksisitas dari EPA)

Lampiran 1.

Konsentrasi logam maksimum berdasarkan kriteria toksisitas dari EPA

No.	Logam	Konsentrasi (mg/l)
1.	Arsen (As)	5,0
2.	Barium (Ba)	100,0
3.	Kadmium (Cd)	1,0
4.	Timbal (Pb)	5,0
5.	Air raksa (Hg)	0,2
6.	Perak (Ag)	5,0
7.	Seng (Zn)	100
8.	Tembaga (Cu)	5
9.	Krom (Cr)	0,2
10.	Nikel (Ni)	1
11.	Kobal (Co)	0,5



Gambar 1. Alat Agitasi



BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id